

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

File 351:DERWENT WPI 1963-2000/UD=, UM=, & UP=200002

(c) 2000 Derwent Info Ltd

\*File 351: Display format changes coming in February. Try them out now in ONTAP File 280. See HELP NEWS 280 for details.

Set	Items	Description
?s pn=fr 2315858		
S1	1	PN=FR 2315858
?s pn=dd 142144		
S2	1	PN=DD 142144
?t 1/9/all		

1/9/1

DIALOG(R)File 351:DERWENT WPI

(c) 2000 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

001804668

WPI Acc No: 77-25639Y/197715

**Food protein from vegetable seed or oil cake extract - by coagulating using alkaline earth metal salt**

Patent Assignee: ANVAR AGENCE NAT VALORISATION (ANVR )

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Main IPC	Week
FR 2315858	A	19770304					197715 B

Priority Applications (No Type Date): FR 7521073 A 19750704

Abstract (Basic): FR 2315858 A

The oil cake or seed is first pretreated to give an extract from which the protein is coagulated using an alkaline earth metal salt. The coagulate is treated under pressure to form a protein cheese, which is then solidified at is not >-5 degrees C. The cheese is then decongealed at ambient temp. or higher.

Process for obtaining a heat stable protein fraction comprises soaking oil cake or seed of vegetable origin for 3-8 hrs. at 10-60 degrees C in the presence of Na2CO3, heating to 100-120 degrees C over 10-20 mins. and then coagulating the protein using an alkaline earth metal salt followed by isolating the protein by decantation and filtration.

Protein food obtained from the above vegetable materials contains >=60% (Nx6.25) protein, 3-10% glucides, and 4-6% ash and has organoleptic properties resembling meat.

The product is used as a food or as an additive in the food industry. Compared with previous vegetable protein products. The above contain less anti-nutritional factors than previous products, e.g. antitrypsine, saponins etc. an and less fermentable sugars and also the protein is not denatured.

Title Terms: FOOD; PROTEIN; VEGETABLE; SEED; OIL; CAKE; EXTRACT; COAGULATE; ALKALINE; EARTH; METAL; SALT

Derwent Class: D13

International Patent Class (Additional): A23J-001/00

File Segment: CPI

Manual Codes (CPI/A-N): D03-B06; D03-F01; D03-F06

?t 2/9/all

2/9/1

DIALOG(R)File 351:DERWENT WPI

(c) 2000 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

002544382

WPI Acc No: 80-62408C/198036

**Fibrillar, lamellar protein food prepn. - by adding blood plasma to**



A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

**N° 75 21073**

(54) Procédé pour l'obtention d'aliments protéiques à partir de tourteaux ou graines d'origine végétale.

(51) Classification internationale (Int. Cl.<sup>2</sup>). A 23 J 1/00.

(22) Date de dépôt ..... 4 juillet 1975, à 15 h 11 mn.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du  
public de la demande ..... B.O.P.I. — «Listes» n. 4 du 28-1-1977.

(71) Déposant : Etablissement public dit : AGENCE NATIONALE DE VALORISATION DE LA  
RECHERCHE, 13, rue Madeleine Michélin, 92522 Neuilly-sur-Seine.

(72) Invention de : Hwei Ming Hau, Bernard Poullain et Gérard Debry.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire :

La présente invention concerne un procédé pour l'obtention d'aliments protéiques à partir de tourteaux ou graines d'origine végétale; elle a également pour objet des aliments protéiques ainsi obtenus, ceux-ci possédant des caractéristiques organoleptiques semblables à celles de la viande.

Il est connu qu'actuellement on cherche de nouvelles sources de protéines pour répondre aux besoins de l'alimentation aussi bien des pays industrialisés que des pays en voie de développement.

Parmi les sources de protéines utilisées de nos jours, on peut citer notamment les tourteaux et graines d'origine végétale, par exemple les graines de soja, d'arachide, de tournesol, de féverole, de colza et les tourteaux issus de ces graines ainsi que les pois et les lupins.

On connaît déjà des procédés pour l'obtention de produits protéiques utilisables pour l'alimentation. On peut notamment se référer aux nombreux procédés connus pour le traitement du soja en vue de l'obtention de protéines concentrées, de protéines isolées, de protéines texturées ou de mélanges lipide-protéines de soja modifiées par un traitement enzymatique. A cet effet on peut se référer par exemple aux travaux de EDW N.W. ; MEYER (Oilseed protein concentrated and Isolates - J. of AM. oil chemist's society. 1971 - 48, N° 9, 484 - 488); de RADCLIFFE F. ROBINSON (What is the future of textured protein products ? - Food technology. 1971 - Vol 26 - N° 5, pp 59-63) et de SHEMER M., WEIL. S. and PERKINS E.G. (Nutritional and chemical studies of three processed soybean food - J. of Food Science. 1973 - 38, 112- 115).

L'utilisation du soja dans l'alimentation humaine se heurte cependant à certaines difficultés dont on rappellera ci-après les principales : les graines et la farine de soja ont un goût et une odeur peu agréables; il peut se produire une fermentation dans l'intestin lors d'une forte consommation de produits à base de soja, du fait des galactosides dérivés du saccharose contenus dans le soja (voir à cet effet RACKIS J.J. Biological and Physiological factors in soybeans J. AM. Oil chemist's society 1974 - 51). Il existe des facteurs antinutritionnels dans les graines, la farine crue de soja ou certains produits protéiques en résultant ; ces facteurs antinutritionnels sont notamment l'anti-

trypsine, l'hémagglutinine, l'acide phytique, les saponines, etc....

Des études enzymologiques et technologiques approfondies ont déjà été entreprises pour le traitement de protéines de soja dans le but de surmonter les difficultés ci-dessus et de contri-  
5 buer à l'amélioration de l'alimentation humaine.

On a maintenant trouvé un nouveau procédé pour l'obten-  
tion de produits protéiques à partir de tourteaux ou graines d'o-  
rigine végétale, lesdits produits protéiques présentant des carac-  
10 téristiques organoleptiques semblables à celle de la viande et  
présentant un taux de facteurs anti-nutritionnels inférieur à ce-  
lui obtenu avec les autres procédés.

Le procédé selon la présente invention consiste :

1) à faire coaguler les protéines à partir d'un produit  
15 résultant d'un traitement préalable des graines ou des tourteaux  
d'origine végétale, ladite coagulation étant réalisée à l'aide d'un  
sel alcalino-terreux;

2) à traiter sous pression la fraction protéique résul-  
tante pour obtenir un fromage de protéines;

20 3) à porter le fromage de protéines à une température  
de congélation au plus égale à  $-5^{\circ}\text{C}$ ; et

4) à décongeler ledit fromage de protéines à une tempé-  
rature au moins égale à la température ambiante.

Le produit de départ mis en oeuvre dans le pro-  
2 cédé de l'invention est un produit résultant d'un traitement préa-  
lable des graines ou des tourteaux d'origine végétale, ledit trai-  
tement préalable étant essentiellement constitué d'une étape de  
trempage dans l'eau et d'une étape de chauffage.

L'étape de trempage est avantageusement réalisée à une  
30 température comprise entre 10 et  $60^{\circ}\text{C}$  pendant environ 3 à 8 heures.

Le procédé selon l'invention est applicable aussi bien  
aux graines entières non-délipidées qu'aux tourteaux d'origine vé-  
gétale. A titre d'exemples de graines utilisables aux fins de l'in-  
vention, on peut citer les graines de soja, d'arachide, de tourne-  
35 sol, de féverole, de colza; on peut également utiliser les tour-  
teaux issus de ces graines ainsi que les pois et les lupins.

Dans le cas où l'on utilise un tourteau d'origine végé-  
tale, on réalise avantageusement l'étape de trempage en mélangeant

le tourteau avec 8 à 10 fois son volume d'eau, en ajustant le pH à environ 8, par exemple à l'aide d'hydroxyde de sodium, et en chauffant le mélange résultant à une température d'environ 40 à 60°C, de préférence d'environ 50°C, pendant environ 3 heures. Il est particulièrement avantageux d'opérer en présence d'un agent favorisant l'élimination des sucres et des mauvaises odeurs; un tel agent est par exemple le carbonate de sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ). On élimine ensuite du produit résultant les résidus insolubles, par exemple par centrifugation ou filtration; la solution obtenue est alors chauffée à une température comprise entre environ 100 et 120°C, de préférence à 110°C, pendant environ 10 à 20 minutes; ce chauffage favorise la destruction des anti-trypsines. Il est avantageux selon une variante du procédé de l'invention de réaliser l'étape de chauffage en présence d'un agent anti-oxydant. On peut utiliser par exemple le sulfate acide de sodium ( $\text{NaHSO}_4$ ) à raison d'environ 150 ppm. On peut en outre rajouter du  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  afin d'activer la destruction du facteur antitrypsique et augmenter le rendement d'extraction. Le produit obtenu après la mise en oeuvre des étapes de trempage et de chauffage constitue ce que l'on appelle dans la présente description "le produit résultant d'un traitement préalable de tourteaux d'origine végétale".

Lorsqu'on utilise des graines d'origine végétale, le traitement préalable est également constitué essentiellement d'une étape de trempage et d'une étape de chauffage. On fait tremper dans l'eau les graines, en présence d'un agent favorisant l'élimination des sucres et des mauvaises odeurs, tels que  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , à une température comprise entre 10 et 20°C environ, de préférence à 15°C; ce trempage dure environ 8 heures; on élimine ensuite l'eau du milieu réactionnel et on rince à l'eau, puis on broie les grains gonflés et on traite à l'aide d'un agent anti-oxydant, tel que  $\text{NaHSO}_4$  ou  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . On chauffe ensuite le milieu réactionnel à une température comprise entre 100 et 120°C environ, de préférence à 110°C, pendant environ 10 à 20 minutes. On élimine ensuite par filtration les résidus insolubles; la solution résultante constitue ce que l'on appelle dans la présente description "le produit résultant d'un traitement préalable de graines d'origine végétale".

Selon le procédé de l'invention, on fait coaguler les protéines contenues dans le produit résultant d'un traitement préalable de graines ou de tourteaux d'origine végétale, à l'aide



d'un sel alcalino-terreux à une température par exemple d 70°C. A titre de sels alcalino-terreux utilisables selon la présente invention, on peut citer par exemple les chlorures et sulfates d magnésium ou de calcium. On utilise en général le sel alcalino-terreux à raison d'environ 1 à 5% en poids par rapport à l'extrait sec du produit traité. Le caillé de protéines obtenu ou fraction protéique présente des propriétés fonctionnelles intéressantes; ce produit est utilisable en alimentation humaine et/ou comme adjuvant dans l'industrie alimentaire; il possède des propriétés sensiblement identiques à celles obtenues par le procédé connu de précipitation des protéines par l'acide chlorhydrique.

On peut noter par exemple que la viscosité et la solubilité de la fraction protéique selon l'invention ne varient pratiquement pas en fonction de la température.

Par ailleurs, la solubilité d'une telle fraction varie en fonction du pH ; elle est pratiquement insoluble aux alentours de pH 5.

La fraction protéique est ensuite traitée sous pression après avoir été lavée à l'eau. Le traitement sous pression est réalisé avantageusement par moulage à une température comprise entre 100 et 160°C, par exemple 150°C, sous une pression d'environ 0,4 à 0,8 kg/cm<sup>2</sup>, de préférence 0,5 kg/cm<sup>2</sup>.

Selon une variante de mise en oeuvre du procédé, on réalise ce traitement sous pression en extrudant la fraction protéique sous pression à une température d'environ 130 à 250°C, par exemple de 150°C.

Le produit obtenu après ce traitement sous pression peut être appelé "fromage de protéines".

Selon le procédé de l'invention, on congèle ensuite le fromage de protéines à une température au plus égale à -5°C. La température de congélation peut varier entre environ -5°C et -20°C; le temps de congélation est fonction de la température de congélation; à titre d'exemple on indiquera que le temps de congélation est d'environ 24 heures à la température de -10°C.

Le fromage de protéines congelé est ensuite soumis à une décongélation à une température au moins égale à la température ambiante, de préférence à la vapeur chaude.

Le produit obtenu après décongélation constitue un aliment protéique qui possède des caractéristiques organoleptiques proches de celles de la viande.

5 L'aliment protéique obtenu selon l'invention peut éventuellement être ensuite aromatisé et emballé par exemple sous forme en portions alimentaires.

De plus, il faut noter que le produit selon l'invention est stable au chauffage.

10 Les produits obtenus selon le procédé de l'invention contiennent plus de fraction 11 S que ceux précipités en milieu acide et contiennent donc une proportion supérieure d'acides aminés soufrés compte-tenu de la richesse relative de la fraction 11 S en ces composés par rapport à la fraction 7 S (voir à cet effet SAIO K. et al. Food use of soybean 7 S and 11 S proteins - Extraction and  
15 functional properties of their fractions - J. Food Sci. 38:1139).

Les produits obtenus selon le procédé de l'invention présentent des qualités nutritionnelles supérieures aux produits actuellement sur le marché; les protéines ne sont pas dénaturées, il n'y a pas dans les aliments protéiques de l'invention d'acides aminés néo-  
20 o-formés; de plus, les aliments protéiques de l'invention contiennent une proportion moindre de sucres fermentescibles. Ils présentent une teneur en protéines ( $N \times 6,25$ ) d'au moins 60%; une teneur en glucides d'environ 3 à 10%; une teneur en cendre d'environ 4 à 6%.

25 Les produits selon l'invention peuvent être directement emballés après l'étape de décongélation ou séchés pour la conservation; ils sont ensuite réhydratés au moment de la consommation.

On a constaté que la croissance chez le rat nourri avec l'aliment protéique selon l'invention est satisfaisante; elle est du même ordre que celle obtenue avec d'autres produits à base de soja; le  
30 coefficient d'efficacité protéique (C.E.P.) est de 2 environ.

L'invention sera illustrée plus en détail par les exemples ci-après non limitatifs.

#### EXEMPLE 1

35 Dans cet exemple on a mélangé un kg de tourteau de soja avec 9 litres d'eau en présence de 424 grammes de  $Na_2CO_3$  (0,4 M); on a ajouté de l'hydroxyde de sodium en quantité suffisante pour ajuster le pH du mélange réactionnel à 8; on a chauffé le mélange réactionnel jusqu'à 50°C et on a maintenu cette température pendant 2 heures sous agitation. On a ensuite filtré le mélange réactionnel;

on a ajouté au filtrat 150 ppm de  $\text{NaHSO}_4$  ; on a chauffé le mélange réactionnel à  $110^\circ\text{C}$  pendant 10 minutes; on a fait refroidir le mélange jusqu'à  $70^\circ\text{C}$  t on a ajouté une solution de  $\text{CaCl}_2$  à 25% (50g de  $\text{CaCl}_2$  pour 1 kg de tourteau). Le milieu réactionnel  
5 a ensuite été décanté et filtré. La fraction protéique, c'est-à-dire le caillé, ainsi obtenue, a ensuite été moulée à chaud à  $150^\circ\text{C}$  sous une pression de  $0,5 \text{ kg/cm}^2$ , puis congelée à  $-10^\circ\text{C}$  pendant 24 heures. Le produit résultant a ensuite été/décongelé pendant 24 heures.

10

La composition du produit final, c'est-à-dire de l'aliment protéique, ainsi obtenu est donnée dans le tableau I ci-après.  
EXEMPLE 2

On a traité 1 kg de graines de soja selon le procédé de  
15 l'invention.

On a fait tremper pendant 8 heures 1 kg de graines de soja dans de l'eau à  $15^\circ\text{C}$  en présence de 424 grammes de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0, 4 M. On a ensuite éliminé l'eau; puis on a rincé le mélange réactionnel à l'eau et on a broyé les graines gonflées (1 volume de graines/4 volumes d'eau) en présence de 150 ppm de  $\text{NaHSO}_4$ . On  
20 a ensuite chauffé le mélange réactionnel à  $110^\circ\text{C}$  pendant 10 minutes et on l'a filtré.

On a ajouté au filtrat, à  $70^\circ\text{C}$ , 50g de  $\text{CaCl}_2$  sous forme d'une solution de  $\text{CaCl}_2$  à 25%; on a décanté et filtré. La solubilité et la viscosité d'une telle fraction protéique ne varient  
25 pratiquement pas en fonction de la durée du chauffage à  $100^\circ\text{C}$ . De même, la viscosité et la solubilité de cette fraction en fonction du pH sont très faibles au niveau de pH 5.

La fraction protéique ainsi obtenue a été moulée à  
30  $150^\circ\text{C}$  sous une pression de  $0,5 \text{ kg/cm}^2$ ; elle a ensuite été congelée à  $-10^\circ\text{C}$  pendant 24 heures, puis décongelée à la vapeur.

La composition du produit final ainsi obtenu est donnée dans le tableau I ci-après.

La figure 1 représente la variation de la solubilité à  
35  $20^\circ\text{C}$  de la fraction protéique (solution titrant 20% en protéines) en fonction du pH; en ordonnées on a porté le pourcentage en poids du sédiment soluble et en abscisses le pH.

La figure 2 représente la variation de la viscosité à  $20^\circ\text{C}$  de la fraction protéique (solution titrant 20% en protéines)

en fonction du pH dont les valeurs sont portées en abscisses, la viscosité en centipoises étant portée en ordonnées.

La figure 3 représente la variation de la viscosité de la fraction protéique (solution titrant 20% en protéines) en fonction du temps de chauffage à 100°C, le pH de la solution étant de 6,5; la viscosité en centipoises est indiquée en ordonnées et en abscisses on a porté le temps de chauffage en minutes.

La figure 4 représente la variation de la solubilité de la fraction protéique (solution titrant 20% en protéines) en fonction du temps de chauffage à 100°C, le pH de la solution étant de 6,5; le pourcentage de sédiment soluble est porté en ordonnées et le temps de chauffage en minutes est indiqué en abscisses.

TABLEAU I

Composition des produits protéiques obtenus selon l'invention  
( Pourcentage par rapport à l'extrait sec)

15

	Protéine (N x 6,25)	Glucides	Lipides	Cendres
20 :Produit final :obtenu à partir :du tourteau :(exemple 1)	≈ 75	≈ 10	≈ 0	≈ 5
25 :Produit final à :partir de la :graine entière :(exemple 2)	70	≈ 10	≈ 8-10	≈ 5-6

### REVENDEICATIONS

1. Procédé pour l'obtention d'aliments protéiques à partir de tourteaux ou graines d'origine végétale, caractérisé en ce qu'il consiste :

5                   1) à faire coaguler les protéines à partir d'un produit résultant d'un traitement préalable des graines ou des tourteaux d'origine végétale, ladite coagulation étant réalisée à l'aide d'un sel alcalino-terreux;

10                  2) à traiter sous pression la fraction protéique résultante pour obtenir un fromage de protéines;

3) à porter le fromage de protéines à une température de congélation au plus égale à  $-5^{\circ}\text{C}$ ; et

4) à décongeler ledit fromage de protéines à une température au moins égale à la température ambiante.

15                  2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le traitement préalable des graines ou des tourteaux d'origine végétale consiste essentiellement en une étape de trempage pendant 3 à 8 heures à une température comprise entre 10 et  $60^{\circ}\text{C}$  et en une étape de chauffage à environ 100 à  $120^{\circ}\text{C}$  pendant  
20 10 à 20 minutes environ.

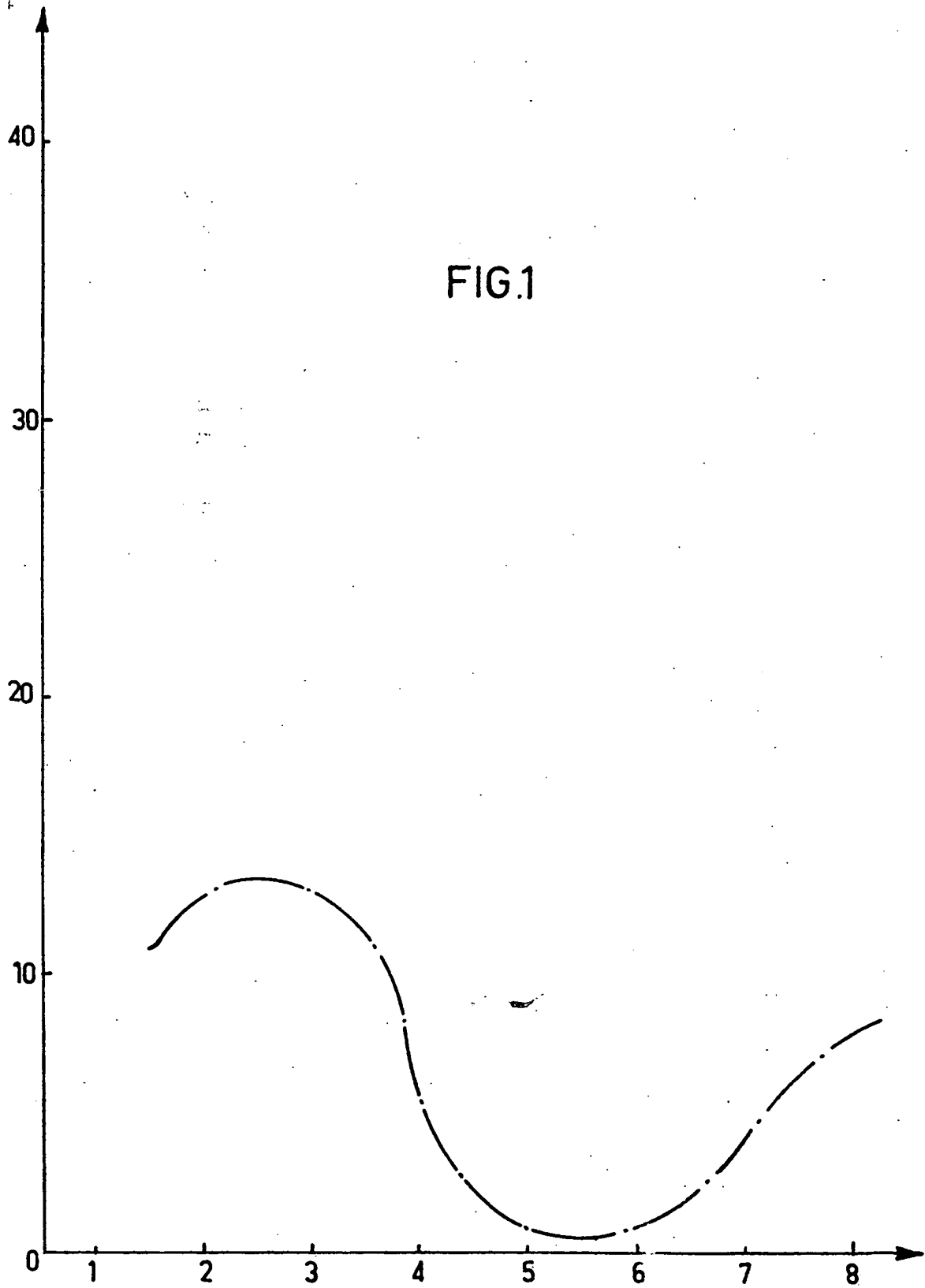
3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que l'on utilise un tourteau de graines d'origine végétale et en ce que le trempage est réalisé à environ pH 8 pendant environ 3 heures à une température comprise entre  
25 40 et  $60^{\circ}\text{C}$  environ.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'on utilise des graines d'origine végétale et en ce que le trempage est réalisé pendant environ 8 heures à une température comprise entre environ 10 et  
30  $20^{\circ}\text{C}$ .

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le trempage est réalisé en présence de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

35 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le chauffage a lieu en présence d'un agent anti-oxydant, tel que  $\text{NaHSO}_4$  et  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  à  $110^{\circ}\text{C}$  pendant environ 10 minutes.

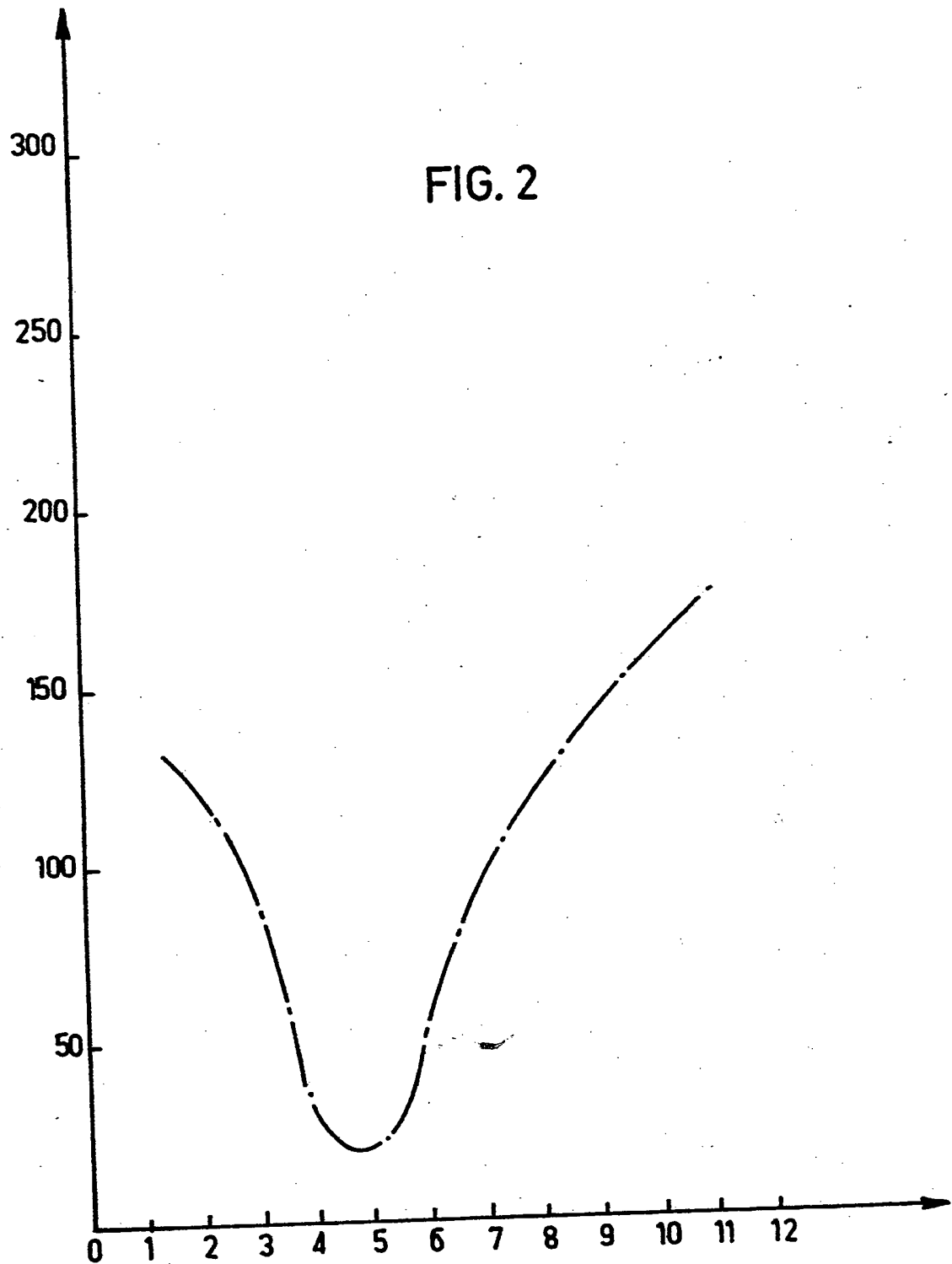
7. Procédé pour l'obtention d'une fraction protéique, stable au chauffage, caractérisé en ce qu'il consiste à tremper des graines ou tourteaux d'origine végétale pendant 3 à 8 heures à une température comprise entre 10 et 60°C en présence de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , à chauffer le mélange résultant à une température comprise entre 100 et 120°C pendant environ 10 à 20 minutes et à faire coaguler les protéines à l'aide d'un sel d'alcalino-terreux, ladite fraction protéique étant ensuite isolée par décantation et filtration.
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le traitement sous pression est réalisé par moulage sous une pression d'environ 0,4 à 0,8  $\text{kg/cm}^2$  à une température d'environ 100 à 160°C.
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le traitement sous pression est réalisé par extrusion à une température d'environ 130 à 250°C.
10. Aliment protéique obtenu par le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9.
11. Aliment protéique obtenu à partir de tourteaux ou graines d'origine végétale, caractérisé en ce qu'il présente une teneur en protéines ( $\text{N} \times 6,25$ ) d'au moins 60%, une teneur en glucides d'environ 3 à 10% et une teneur en cendres d'environ 4 à 6%, ledit produit protéique ayant des caractéristiques organoleptiques semblables à celles de la viande.



PL.  $\frac{x}{4}$

2315858

FIG. 2



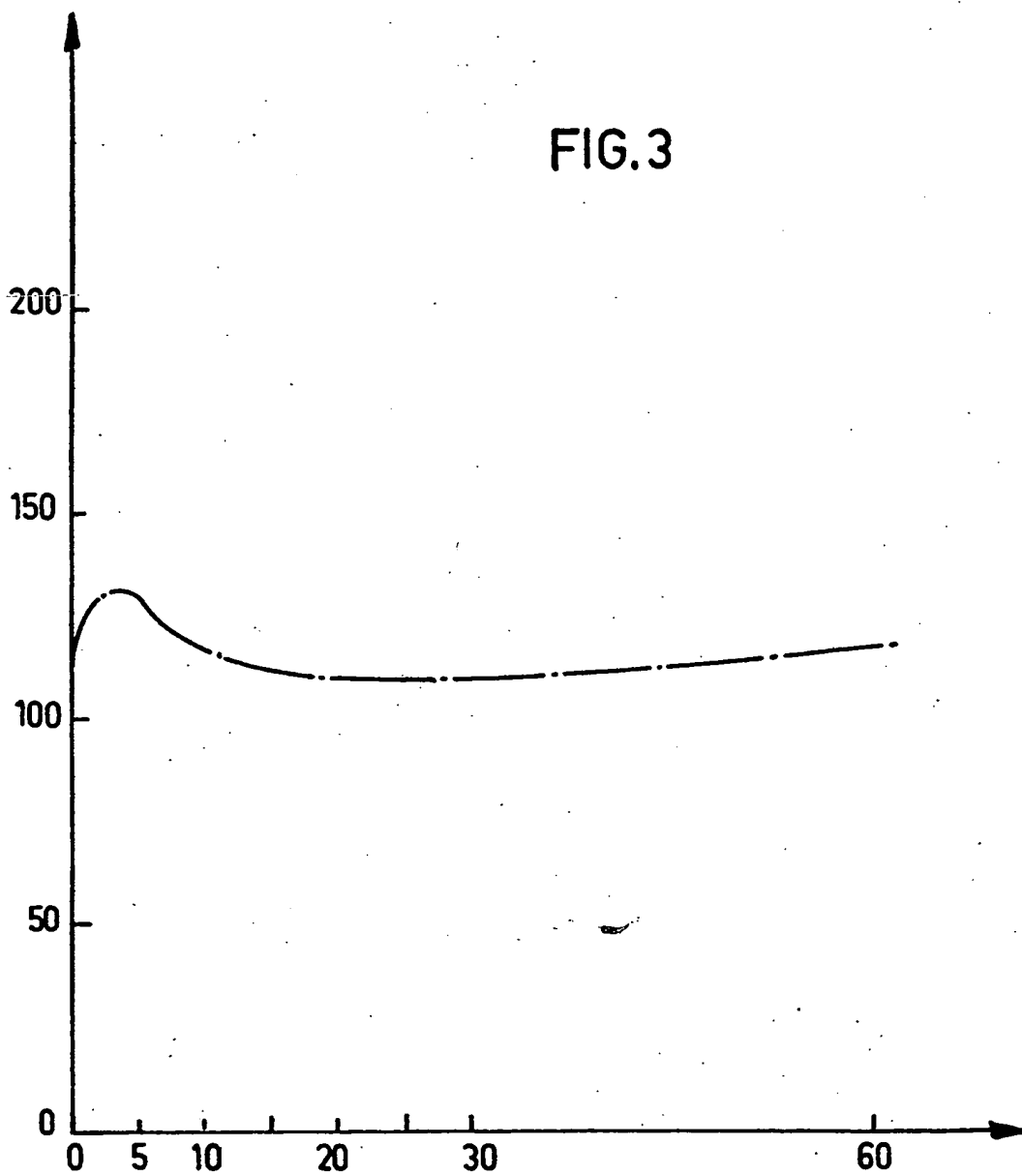


PC. 5  
4

2315858

1

FIG.3



TL. 4  
4

2315858

FIG. 4

